

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-343425

(43) 公開日 平成11年(1999)12月14日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	F I
C 0 9 C 3/12		C 0 9 C 3/12
C 0 8 K 9/06		C 0 8 K 9/06
C 0 9 C 1/02		C 0 9 C 1/02
1/28		1/28
1/40		1/40
審査請求 未請求 請求項の数13 O L (全 9 頁)		
(21) 出願番号	特願平11-118471	(71) 出願人 599025097 デグサーヒュルス アクチェンゲゼルシャ フト ドイツ連邦共和国、デー45764 マルル、 パウルーパウマンーストラーセ、1
(22) 出願日	平成11年(1999) 4 月26日	(72) 発明者 ブルクハルト シュタントケ ドイツ連邦共和国 レルラッハ クリショ ナシュトラーセ 25
(31) 優先権主張番号 1 9 8 1 8 9 2 4 . 9		(72) 発明者 ヤロスラフ モンキーヴィッツ ドイツ連邦共和国 ラインフェルデン ブ ルシュテルシュトラーセ 2 アー
(32) 優先日 1998年 4 月28日		(74) 代理人 弁理士 矢野 敏雄 (外 3 名)
(33) 優先権主張国 ドイツ (D E)		
		最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 表面を変性した充填剤、その製造方法ならびにその使用

(57) 【要約】

【課題】 表面を変性した充填剤、その製造方法ならびにその使用を提供する。

【解決手段】 充填剤と水とを混合し、水ベースのオルガノシロキサン含有組成物を良好に混合しながら添加し、その際、オルガノシロキサンは水中で可溶性であり、かつOH基以外に少なくとも1個のアミノ官能基および場合によりアルキル、ハロゲンアルキル、アルケニル、グリシドエーテルアルキル、アクリルオキシアルキルならびにメタクリルオキシアルキルの系列からの少なくとも1個の別の官能基を含有し、かつオルガノシロキサンのそれぞれの珪素原子にオルガノ官能基に1個が結合しており、かつ混合物を乾燥する。

【効果】 容易で、効果が高く、かつ経済的である。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 表面を変性した充填剤において、
充填剤と水とを混合し、
水ベースのオルガノシロキサン含有組成物を良好に混合しながら添加し、その際、該オルガノシロキサンは水中で可溶性であり、かつ OH 基以外に少なくとも 1 個のアミノ官能基および場合によりアルキル、ハロゲンアルキル、アルケニル、グリシドエーテルアルキル、アクリルオキシアルキルならびにメタクリルオキシアルキルの系列からの少なくとも 1 個の別の官能基を含有し、かつオルガノシロキサンのそれぞれの珪素原子にオルガノ官能基の 1 個が結合しており、かつ該混合物を乾燥することにより得られることを特徴とする、表面を変性した充填剤。

【請求項 2】 シラン化のために使用される水ベースのオルガノシロキサン含有組成物中に、官能基として、実質的に (i) アミノアルキル基または (i i) アミノアルキル基およびアルキル基または (i i i) アミノアルキル基およびビニル基を有するオルガノシロキサンが含有されている、請求項 1 に記載の表面を変性した充填剤。

【請求項 3】 オルガノシロキサンが、3-アミノプロピル基を有する、請求項 2 に記載の表面を変性した充填剤。

【請求項 4】 請求項 1 から 3 までのいずれか 1 項に記載により表面を変性した水酸化アルミニウム、水酸化マグネシウム、ドロマイト、白亜、タルク、カオリン、ベントナイト、モンモリロナイト、雲母、珪酸または二酸化チタン。

【請求項 5】 請求項 1 から 4 までのいずれか 1 項に記載の、水ベースのオルガノシロキサン含有組成物を使用して充填剤の表面を変性するための方法であって、その際、該オルガノシロキサンは水中で可溶性であり、かつ OH 基以外に、少なくとも 1 個のアミノ官能基および場合によりアルキル、ハロゲンアルキル、アルケニル、グリシドエーテルアルキル、アクリルオキシアルキルならびにメタクリルオキシアルキルの系列からの少なくとも 1 個の別の官能基を含有し、かつオルガノシロキサンのそれぞれの珪素原子にオルガノ官能基の 1 個が結合している、充填剤の表面を変性するための方法において、充填剤と水とを混合し、良好に攪拌しながら水ベースのオルガノシロキサン含有組成物を添加し、かつ該混合物を乾燥させることを特徴とする、充填剤の表面を変性するための方法。

【請求項 6】 溶液 1 kg あたり Si 10~150 g のオルガノシロキサン含有量を有する水ベースのオルガノシロキサン含有組成物を使用する、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】 pH 値 2~6 または 7.5~12 を有する水ベースのオルガノシロキサン含有組成物を使用す

る、請求項 5 または 6 に記載の方法。

【請求項 8】 0.5 重量%より少ないアルコールの含有量を有する水ベースのオルガノシロキサン含有組成物を使用する、請求項 5 または 7 に記載の方法。

【請求項 9】 シラン化すべき充填剤 1 kg あたりオルガノシロキサン 0.1~12 重量%を使用する、請求項 5 から 8 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】 混合物が、乾燥に供給する前に、充填剤 10~70 重量%の含有量の場合に粘度 10~200 00 mPa s を有する、請求項 5 から 9 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 11】 混合物の乾燥を、噴霧乾燥機を用いて実施する、請求項 5 から 10 までのいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 12】 接着剤、封止剤、ポリマー材料、顔料および塗料のための、請求項 1 から 11 までのいずれか 1 項に記載の表面を変性した充填剤の使用。

【請求項 13】 請求項 1 から 12 までのいずれか 1 項に記載の表面を変性した充填剤を含有する、エチレンービニルアセテート-コポリマーベースのコンパウンド。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、表面変性した充填剤および水ベースのオルガノシロキサン含有組成物を使用する、充填剤の表面を変性するための方法に関し、この場合、該オルガノシロキサンは水中で可溶性であり、かつ OH 基以外に少なくとも 1 個のアミノ官能基および場合によりアルキル、ハロゲンアルキル、アルケニル、グリシドエーテルアルキル、アクリルオキシアルキルならびにメタクリルオキシアルキルの系列からの少なくとも 1 個の別の官能基を含有し、かつオルガノシロキサンのそれぞれの珪素原子にオルガノ官能基の 1 個が結合している。さらに本発明は、表面変性した充填剤の使用ならびにエチレンービニルアセテート-コポリマーベースのコンパウンドに関する。

【0002】

【従来の技術】 一般に充填剤は、いくつかの例を挙げるとすれば特に接着剤、封止剤、ポリマー材料、塗料のための添加剤として使用される。この場合充填剤は通常無機材料であり、その際、不活性および活性生成物とから選択することができる。充填剤を用いてポリマーマトリックスの特殊な機械的および/または物理的特性を変換することができ、従って充填剤は補強充填剤とも呼ばれる。補強機能は種々の性質であり得るので、定義はその都度使用されるポリマーに関連させてのみ可能である。ゴムおよび合成エラストマーの場合、例えば硬度、強度、弾性および伸びを変更することができる。

【0003】 補強充填剤は、熱分解珪酸およびカーボンブラックを除外すると、従来むしろ副次的な役割を果たしていた。充填剤は主として、製品を安価に製造するこ

とができるために増量剤として使用されていた。ベースポリマーの価格の上昇は、考え方を変える過程につながった。今日ではむしろ、ベースポリマーを、特殊な被覆をした充填剤と適切に交換することにより価格／機能収支を平衡を保つことを目指している。

【0004】予備処理した充填剤は、通常の種類充填剤よりも高価であるにも関わらず、その価格はそれほどコーティングにより負うものではない。というも少量の被覆材料で大きな効果および改善を達成することができるからである。

【0005】水酸化アルミニウムの製造の例に基づいて、このことを手短かに説明する。粉碎した、または微粒子状に晶出させた水酸化アルミニウム（ATH）は、充填剤および難燃剤として、加工温度が実質的に200℃を越えないあらゆる箇所で使用される。ATHは、ハロゲン不含で、腐食性でなく、毒性がなく、生理学的に問題がなく、かつ煙道ガス密度の低下の際に高い効率を有する。

【0006】ATHは、重要なプラスチック系の特殊な特性に合わせて調整し、異なった品質で提供される。ATHは高い充填度（50ないし70%）で架橋すべきエラストマー、熱可塑性プラスチックおよび熱可塑性エラストマー、熱硬化性プラスチック、PVC、エチレン-ビニルアセテート-コポリマーならびに分散液に混入させることができる。

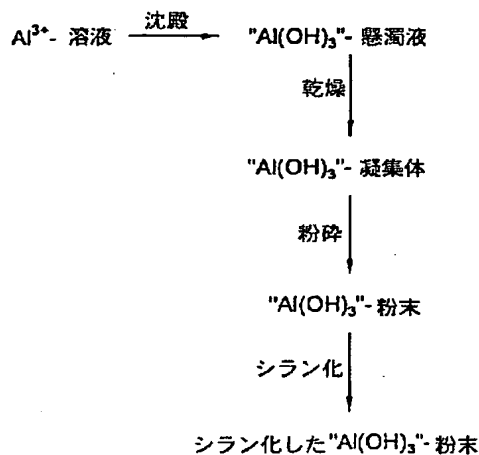
【0007】充填剤の変性は、通常付加的な作業工程で無機物の乾燥もしくはその後処理の後で粉碎により行う（図1を参照のこと）：

【0008】

【外1】

図1：

シラン化した水酸化アルミニウムの製造の図式



【0009】シラン化は、従来の技術により乾燥（特殊な混合措置中でのアルコキシシランの噴霧）、湿式／スラリー（水性またはアルコール性シラン／溶剤-混合物

の適用）、直接（コンバウンド化の間の液状シランの添加）または加熱した充填剤へのシランエマルジョンの噴霧により実施する。

【0010】多くの無機質の充填剤は後処理のために、脈石および不純物を分離した後で水を用いて懸濁させ、水被し、かつ乾燥させる。

【0011】例えば、充填剤の表面特性を、場合により有機溶剤中に溶解して存在するオルガノアルコキシシラン、オルガノアルコキシシラン混合物またはオルガノアルコキシシラン重縮合体での処理により変性できることが公知である（US5571851号、EP0632109A1号、EP0590270A2号、EP0492223A2号、WO90/02779号）。この場合、水またはヒドロキシル基が存在している限り、顕著な量のアルコールが加水分解により遊離する。さらに有機溶剤が存在する方法は通常、多くの場合コストのかかる特別な安全措置を講じて実施できるのみである。

【0012】EP0716128A2号、EP0716127A2号、EP0675128A1号ならびにまだ刊行されていないドイツ特許出願第19639782.0号は、水溶性のオルガノシロキサン安定した組成物を開示しており、これは特に充填剤のシラン化のために適用される。しかしこのような水ベースの系は、水で希釈する際に加水分解によりアルコールを遊離しない。

【0013】US5543173号は、無機粉末、例えば水酸化アルミニウムの凝集傾向の低下のための方法を教示しており、この場合、場合によりアルコールを含有し、オルガノトリアルコキシシラン、例えばビニルトリアルコキシシラン、アルキルトリアルコキシシラン、ハロゲンアルキルトリアルコキシシランまたはエポキシ-、メタアクリルオキシ-またはアミノ-官能性トリアルコキシシランの加水分解により得られ、かつオリゴマー化度が、2より大きくかつゲル化点より小さいオルガノシロキサンを含有する溶液で粉末を処理し、かつ処理した粉末を引き続き乾燥させる。このようにして処理した粉末を、US5543173号によりポリマーブレンド中で使用することができる。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】従って本発明の課題は、容易で、効果が高く、かつ経済的な方法で充填剤の表面、特に水酸化アルミニウムの表面を変性することを可能にする方法を提供することである。

【0015】

【課題を解決するための手段】上記課題は本発明により特許請求の範囲の記載に相応して解決される。

【0016】意外なことに、水酸化アルミニウム、特にその製造の間に生じ、かつ水性の懸濁液として、または湿ったフィルターケーキとして存在するもの、ならびにその他の無機質充填剤、特にケイ酸塩、例えばカオリン、ベントナイト、モンモリロナイト、タルク、雲母、

例えば白雲母、特にまた水酸化マグネシウム、珪酸、例えば沈降珪酸、熱分解珪酸(Flammkieselsäure)、または二酸化チタンならびに炭酸カルシウム、例えば白亜またはドロマイトを、充填剤がまだ適切にすでに水で湿っているか、または水性の懸濁液に存在しているのでなければ、水と混合し、かつ良好に混合しながら、水ベースのオルガノシロキサン含有組成物を添加し、かつ得られた混合物を乾燥させ、その際、存在するオルガノシロキサンは水中に可溶性であり、かつOH基以外に少なくとも1個のアミノ官能基および場合によりアルキル、ハロゲンアルキル、アルケニル、グリシドエーテルアルキル、アクリルオキシアルキルならびにメタクリルオキシアルキルの系列からの少なくとも1個の別の官能基を有しており、かつオルガノシロキサンのそれぞれの珪素原子にオルガノ官能基の1個が結合している場合に、容易かつ経済的な方法で、および再懸濁性ならびに適用特性(特にコンパウンド中で)の顕著な効果と共に、シラン化により表面変性することができることが判明した。

【0017】この場合、有利には通常はボンピング可能な混合物が得られ、該混合物は有利には10~70重量%、有利には30~60重量%の範囲の固体含有量、10~20000mPa s、有利には20~1000mPa s、特に有利には100~600mPa sの粘度を有する。存在する混合物を、有利には噴霧乾燥させ、その際本発明による充填剤をその後、通常有利には例えばペンタンまたはキシレン中に再懸濁させることができ、かつさらに実質的に凝集体を形成することがなく、このことは例えば、コンパウンドへの配合の際に特別な利点となりうる。

【0018】さらに本発明により変性した充填剤をポリマー材料中で使用する場合、充填剤とポリマーとの間の付着の改善が観察される。従って複合材料の改善された機械的特性および耐化学薬品性が、優れた利点となりうる。しばしば着色特性を有する充填剤、いわゆる顔料、例えば白色顔料もまた使用される。着色特性を有するような充填剤もまた同様に有利な方法で本発明により処理し、かつ使用することができる。

【0019】本発明による表面変性は、充填剤もしくは顔料の場合、バインダー中での濡れ、分散度、粘度、チキソトロピーおよび流動性の変更により、レオロジー特性の有利な影響につながる。

【0020】従って本発明の対象は、充填剤と水との混合、および良好な混合下での水ベースのオルガノシロキサン含有組成物の添加、その際、オルガノシロキサンは水中で可溶性であり、かつOH基以外に、少なくとも1個のアミノ官能基および場合によりアルキル、ハロゲンアルキル、アルケニル、グリシドエーテルアルキル、アクリルオキシアルキルならびにメタクリルオキシアルキルの系列からの少なくとも1個の別の官能基を有しており、かつオルガノシロキサンのそれぞれの珪素原子にオ

ルガノ官能基の1個が結合しており、かつ混合物の乾燥により得られる表面変性した充填剤である。

【0021】有利には、本発明によるシラン化のために使用される、水ベースのオルガノシロキサン含有組成物は、官能基として、実質的に(i)アミノアルキル基または(ii)アミノアルキル基およびアルキル基または(iii)アミノアルキル基およびビニル基を有しているオルガノシロキサンを含有しており、特に3-アミノプロピル基を官能基の少なくとも1個として含有しているオルガノシロキサンは有利である。

【0022】本発明による表面変性した充填剤は、有利には水酸化アルミニウム、水酸化マグネシウム、白亜、ドロマイト、タルク、カオリン、ベントナイト、モンモリロナイト、雲母、珪酸ならびに二酸化チタンである。

【0023】さらに本発明の対象は、水ベースのオルガノシロキサン含有組成物を使用する、充填剤の表面を変性するための方法であり、その際、該オルガノシロキサンは水中で可溶性であり、かつOH基以外に少なくとも1個のアミノ官能基および場合によりアルキル、ハロゲンアルキル、アルケニル、グリシドエーテルアルキル、アクリルオキシアルキルならびにメタクリルオキシアルキルの系列からの少なくとも1個の別の官能基を有しており、かつオルガノシロキサンのそれぞれの珪素原子にオルガノ官能基の1個が結合しており、この方法の特徴は、充填剤を水と混合し、良好に混合しながら水ベースのオルガノシロキサン含有組成物を添加し、かつ該混合物を乾燥させることである。

【0024】ここでは特に、本発明による方法の場合、例えばEP0716127A2号、EP0716128A2号、EP0675128A1号、また刊行されていないドイツ特許出願第19639782.0号および「水溶性アミノおよびアルケニル官能性オルガノシロキサンの安定した組成物、その製造方法およびその使用」のタイトルを有する平行出願から明らかな、水ベースのオルガノシロキサン含有組成物を使用することができることを指摘しておく。さらに前記の保護権において、前記のオルガノシロキサン含有組成物の製造が記載されている。

【0025】特に本発明による方法の場合、溶液1kgあたりSi 10~150g、有利には溶液1kgあたりSi 60~130g、特に有利には溶液1kgあたりSi 90~120gのオルガノシロキサン含有量を有する水ベースのオルガノシロキサン含有組成物を使用する。

【0026】さらに2~6または7.5~12、特に有利には3~5または10~12のpH値を有する水ベースのオルガノシロキサン含有組成物が有利である。

【0027】本発明による方法は、0.5重量%より少ない、有利には0.1重量%より少ないアルコール含有量を有する水ベースのオルガノシロキサン含有組成物を

10

20

30

40

50

使用する場合に、加水分解アルコールの可能な遊離に基づいた特別な安全要求を有する装置部材を十分に省略し、かつさらに排気流から付加的に高いVOC含有量（VOC＝揮発性有機化合物(Volatile Organic Compounds)）を除去する必要がないので、特に経済的および生態学的に有利である。

【0028】一般に本発明による方法は、処理するべき充填剤と水とを混合し、かつ前記の種類のオルガノシロキサン含有組成物を良好に混合しながら添加して実施される。すでに短時間後に、生じる混合物は通常、劇的な粘度の低下を示す。

【0029】有利には本発明による方法の場合、シラン化するべき生成物1kgあたり、オルガノシロキサン0.1～12重量%を使用し、その際、生じる混合物は、乾燥させる前に、充填剤含有量10～70重量%の場合、適切には粘度10～20000mPa・sを有する。

【0030】このようにして得られた混合物は一般に、比較的わずかな水分にも関わらず、ポンピング可能であり、かつ乾燥に供給することができる。乾燥は有利には、40～120℃、有利には80～110℃の範囲の温度で行う。

【0031】しかし、混合物を乾燥前に濾過し、かつ引き続き濾液を乾燥、例えばバンド乾燥機に供給することもできる。

【0032】有利には本発明による方法の場合、混合物の乾燥を噴霧乾燥機を用いて実施する。

【0033】有利には本発明による方法を充填剤の製造もしくは後処理のための方法と一体化させることができる。

【0034】従って冒頭に記載した水酸化アルミニウムの製造（図1を参照のこと）の場合、「A1(OH)」の懸濁液のオルガノシロキサン含有組成物を添加し、かつ引き続きベルト乾燥機または有利には噴霧乾燥機を用いて乾燥させることができ、その際、エネルギー集中プロセス工程としての粉碎は省略してもよい。さらに従来の技術によりこれまで必要であった付加的なシラン化のプロセス工程もまた省略することができる。

【0035】本発明により得られる充填剤はさらに、錠剤化に供給することができるが、しかし有利には乾燥工程の後ですでにその有利な方法において、例えばポリマーコンバウンド中で使用することができる。

【0036】ポリマーコンバウンドは、ポリマーと、最終製品の製造のために必要である種々の添加剤、例えば老化防止剤、酸化防止剤、静電防止剤、難燃剤、充填剤、加硫補助剤または軟化剤とからの加工可能な混合物である（ASTD-883による）。

【0037】従って本発明の対象は、接着剤、封止剤、ポリマー材料、例えば高温架橋性シリコーンゴム（HTV-材料）、顔料および塗料のための、表面変性された

本発明による充填剤の使用でもある。

【0038】有利には表面変性された本発明による充填剤を、エチレン-ビニルアセテート-コポリマーベースのコンバウンドの製造のために使用する。

【0039】本発明による充填剤は、この場合にもまた予想外の有利な特性を有する。例えば本発明によりシラン化した充填剤をエチレン-ビニルアセテート系で使用する際に、特に本発明により例えばDYNASYLAN^(R)HS2907で変性した水酸化アルミニウムを使用する際に、引張強さの明らかな改善および有利な方法で、シラン化されていない充填剤と比較して減少した吸水率が確認される。

【0040】従って本発明の対象は、本発明により表面変性した充填剤を含有するエチレン-ビニルアセテート-コポリマーベースのコンバウンドでもある。

【0041】本発明を以下の実施例により詳細に説明する（注：DYNASYLAN^(R)に関しては以下でDSの略号もまた使用する）。

【0042】

【実施例】水ベースのオルガノシロキサン含有組成物例1

DYNASYLAN^(R)HS1152は、pH値11およびSi 50.49g/kg（溶液）を有する、完全に加水分解された水ベースのオルガノポリシロキサン系であり、この場合その製造のために3-アミノプロピルトリアルコキシシラン（AMEO）から出発する。

【0043】例2

DYNASYLAN^(R)HS2906は、同様にpH値4およびSi 28.52g/kg（溶液）を有する、完全に加水分解された水ベースのオルガノポリシロキサン系であり、この場合その製造のために1:1の比のAMEOおよびPTMO（プロピルトリメトキシシラン）から出発する。

【0044】例3

DYNASYLAN^(R)HS2781もまた、pH値10～11およびSi 51.12g/kg（溶液）を有する、完全に加水分解された水ベースのオルガノポリシロキサン系であり、この場合その製造のために2.5:1の比のAMEOおよびVTMO（ビニルトリメトキシシラン）から出発する。

【0045】例4

DYNASYLAN^(R)HS2907もまた、pH値4およびSi 119.38g/kg（溶液）を有する、完全に加水分解された水ベースのオルガノポリシロキサン系であり、この場合その製造のために1:1の比のAMEOおよびVTMOから出発する。

【0046】比較例A

水ベースのオルガノシロキサン含有組成物のための比較物質として、DYNASYLAN^(R)AMEO（Si 126.49g/kg、Si 4.5mol/kg）を使

10

20

30

40

50

用する。

【0047】粘度の低下

例5

60%の水性「白亜ペースト」に、DYNASYLAN^(R) HS2907 1重量%を添加した。初期粘度の6%よりも少ない劇的な粘度の低下が観察された。濾過および110℃で乾燥させた生成物は、ペンタン中に良好に懸濁させることができ、その一方で未処理の白亜は「凝集塊」を形成する。

【0048】比較例B

水酸化アルミニウム（以下では略してATHと称する；Martinal^(R) OL-107）500gおよび完全脱塩水500gを、高性能攪拌機で十分に混合してペーストにし、攪拌下でATHに対してDYNASYLAN^(R) HS2781（例3からの）1重量%を少量ずつ添加し、かつその都度3分間後にブルックフィールド粘度計（回転粘度計RV T、スピンドル5/6）を用いて粘度を測定した。第1表を参照のこと。

【0049】例6

比較例BをDYNASYLAN^(R) HS2907（例4から）を使用して対応する方法で繰り返した。第1表を*

* 参照のこと。

【0050】比較は、当初のATHペーストの粘度がすでに、DYNASYLAN^(R) HS2781に対して、比較的少量の本発明によるDYNASYLAN^(R) HS2907により極めて効果的かつ明らかに低下させることができることを示している。

【0051】照明式顕微鏡（Auflichtmikroskop）では、濾過したDYNASYLAN^(R) HS2907-ATHサンプルの場合（引き続き乾燥室中110℃で乾燥させた）ならびに噴霧乾燥させたDYNASYLAN^(R) HS2907-ATHサンプルの場合に、分散した特性が明らかである。未処理のATHの場合のような二次粒子への凝集体の形成は発生しない。

【0052】良好な分散能は、特に無極性溶剤、例えばペンタンおよびキシレン中でみられる。「濾過し、かつ乾燥させたATH」と比較して、「噴霧乾燥したATH」のかさ密度は実質的に小さく（25g/25mlに対して25g/100ml）、かつ未処理のATH出発材料に相当する。

【0053】

【表1】

第1表

DYNASYLAN[®] HS 2907および DYNASYLAN[®] HS 2781を用いた
粘度測定 ATH（水中50%の懸濁）

添加量 DS HS 2907 [ATHに対し て算出した %]	3分間攪拌後 に測定した 粘度 [mPas]	スピンドル 回転数 [回転/分]	添加量 DS HS 2781 [ATHに対し て算出した %]	3分間攪拌後 に測定した 粘度 [mPas]	スピンドル 回転数 [回転/分]
0.0	95000	10	0.0	95000	10
0.5	14000	10	2.0	25000	10
0.75	10000	10	4.0	19000	10
1.0	1400	10	6.0	15000	10
1.25	150	10	8.0	14000	10

【0054】比較例C

比較例Bを、白亜（OMYALITE^(R) 50）を使用して対応する方法で繰り返した。第2表を参照のこと。

【0055】例7

比較例Cを、DYNASYLAN^(R) HS2907（例1から）を使用して対応する方法で繰り返した。第2表を参照のこと。

【0056】ここでもまた、すでに数分後に顕著な粘度

低下がみられる。当初の「白亜ペースト」は、すでに比較的少量のDYNASYLAN^(R) HS2907の添加後に、易流動性となり、問題なくポンプ輸送可能であり、かつ実験室用噴霧乾燥器で乾燥させることができる。

【0057】

【表2】

第2表

DYNASYLAN® HS 2907 および DYNASYLAN® HS 2781 を用いた
粘度測定 白亜（水中50%の懸濁）

添加量 DS HS 2907 [白亜に対し 算出した %]	3分間攪拌後 に測定した 粘度 [mPas]	スピンドル 回転数 [回転/分]	添加量 DS HS 2781 [白亜に対し 算出した %]	3分間攪拌後 に測定した 粘度 [mPas]	スピンドル 回転数 [回転/分]
0.0	3800	10	0.0	3800	10
0.5	2000	10	1.0	2400	10
0.75	100	10	2.0	2100	10
1.0	100	10	5.0	1500	10

【0058】粒径分布

例8

DYNASYLAN^(R) HS 2907 1重量%で処理
したATH、DYNASYLAN^(R) HS 2907
3.5重量%で処理したMDHおよびDYNASYLAN^(R)
HS 2907 1重量%で処理した白亜の粒径分 20
布の分析（懸濁補助剤エタノール、50秒超音波処理）＊

＊を第3表にまとめる。

【0059】サンプルをDYNASYLAN^(R) HSの
処理後に濾過し、かつ110℃で24時間、磁器製のシ
ャーレ中で乾燥させた。

【0060】

【表3】

第3表

ATH、水酸化マグネシウム(MDH)および白亜の粒径
分布の分析、1% DYNASYLAN® HS 2907 で処理

	ATH		MDH		Kreide	
	ゼロ サンプル	1% DS HS 2907	ゼロ サンプル	3.5% DS HS 2907	ゼロ サンプル	1% DS HS 2907
10 %	0.879	0.565	0.569	0.577	0.746	0.659
50 %	1.352	1.002	1.185	1.163	1.845	1.627
90 %	2.074	1.654	5.908	8.869	6.486	6.541
mv	1.425	1.071	3.021	3.918	3.127	3.047
mn	1.010	0.531	0.556	0.575	0.634	0.598
ma	1.275	0.901	1.046	1.056	1.489	1.340
cs	4.708	6.662	5.735	5.684	4.030	4.479
sd	0.459	0.423	0.753	0.882	1.956	2.014

【0061】10%：通過総和10%の際の粒径（ μ
m）、
50%：通過総和50%の際の粒径（ μ m）、d50ま
たは中央値とも称する、
90%：通過総和90%の際の粒径（ μ m）、
mv：体積配分の平均算術粒径（ μ m）、
mn：数配分の平均算術粒径（ μ m）、
ma：面積配分の平均算術粒径（ μ m）、
cs：比表面積（ m^2/cm^3 ；クーゲルモデルにより算
出）、
sd：粒径分布の標準偏差（分布の幅の尺度）。
【0062】DYNASYLAN^(R) HS 2907 で処

理したATHは、d50中央値の1.35 μ m（未処理
のATH）から1.00 μ mへの推移を示す。一次粒子
中の凝集体の崩壊は、DYNASYLAN^(R) HS 29
07で処理したATHの場合には有利に観察されうる。

【0063】エチレン-ビニルアセテート-コポリマー
（EVA）中での充填剤のコンバウンド化

例9

DYNASYLAN^(R) HSで表面処理した充填剤の混
入はEVA中で行った。このためにExxon Esc
orene UL 00119（ビニルアセテート含有
量19%を有するEVA）40部とATH60部とを予
備混合した。その都度180℃で15分間、混練室（Ha

ake測定ニードラー)で混練した。該コンパウンドからプレートをプレスし(190℃/スペースホルダー2mm)、かつここから試験体(DIN53504による標準バーS2)を打ち抜いた。

【0064】機械的特性(DIN EN ISO527*

*-1~3、ツヴィック(Zwick)万能試験機1445による引張試験)を測定した。第4表にその結果をまとめる。

【0065】

【表4】

第4表

引っぱり試験の結果

充填剤	充填剤とEVAの比 [重量部]	コーティング	引っぱり 強さ [N/mm ²]	引っぱり 強さの際 の伸び [%]	引き裂き 強さ [N/mm ²]	引き裂き 強さの際 の伸び [%]
ATH	60/40	なし	8.8	59	6.3	161
ATH	60/40	1% DS HS 2907	11.6	139	10.8	177
ATH	60/40	4% DS HS 2906	8.6	215	8.2	250
ATH	60/40	2.5% DS HS 2781	11.5	188	11.2	211
ATH	60/40	2.5% DS HS 1152	10.1	158	9.9	172
MDH	60/40	なし	10.4	85	10.2	92
MDH	60/40	1% DS HS 2907	10.1	87	8.3	158
白亜	47/53	なし	11.8	923	11.6	925
白亜	47/53	1% DS HS 2907	10.7	824	10.0	831
タルク	47/53	なし	11.1	797	11.0	799
タルク	47/53	1% DS HS 2907	8.3	230	8.0	318

【0066】引張強さは、力/伸びのダイアグラムにおける最大値である。ATHを充填したEVAコンパウンドの場合、DYNASYLAN^(®) HS系での表面処理は、高い引張り強さおよび引き裂き強さおよび比較的高い伸び値につながる。引張り強さおよび引き裂き強さの場合の伸び値は、コーティングしたATHの場合相互に接近する。

【0067】充填剤の性質はタルク(フレーク構造を有する層状ケイ酸塩)の場合、試験結果に対して顕著な影響を有する。

【0068】吸水率

例10

充填したコンパウンドの吸水率を、DIN EN60811-1および3に準拠して測定した。第5表にその結果をまとめる。

【0069】このために、試験体(0.5~1.5g)を完全脱塩水50ml中に置き、かつ室温で貯蔵した。重量の増加を一定の時間間隔の後で秤量により測定した。

【0070】表面変性した充填剤を含有するコンパウンドは、シラン化されていない充填剤と比較して減少した吸水率を有する(MDHを除く)。

【0071】

【表5】

第5表

水中での貯蔵の結果

充填剤	充填剤と EVAの比 [重量部]	コーティング	1日後の 吸水率 [%]	1日後の 吸水率 [%ゼロ サンプル]	1週間後 の吸収率 [%]	1週間後 の吸収率 [%ゼロ サンプル]
ATH	60/40	なし	0.77	100	2.13	100
ATH	60/40	1 % DS HS 2907	0.33	43	0.96	45
ATH	60/40	4 % DS HS 2906	0.31	40	1.01	48
ATH	60/40	2.5 % DS HS 2781	0.24	31	0.81	38
ATH	60/40	2.5 % DS HS 1152	0.30	40	0.75	35
MDH	60/40	なし	0.12	100	0.28	100
MDH	60/40	1 % DS HS 2907	0.16	150	0.49	179
白亜	47/53	なし	0.22	100	0.35	100
白亜	47/53	1 % DS HS 2907	0.10	46	0.29	82
タルク	47/53	なし	0.17	100	0.31	100
タルク	47/53	1 % DS HS 2907	0.07	44	0.18	57

フロントページの続き

(72)発明者 アルベルト・ヨハネス フリングス
ドイツ連邦共和国 ラインフェルデン デ
ューラーシュトラッセ 50

(72)発明者 ラルフ ラーヴェン
ドイツ連邦共和国 シュヴェルシュタット
タールマッットシュトラッセ 16

(72)発明者 ローラント エーデルマン
ドイツ連邦共和国 ヴェール ハルトシュ
トラッセ 10

(72)発明者 ベーター イェンクナー
ドイツ連邦共和国 ラインフェルデン フ
リードリッヒ・エーベルト・シュトラッセ
8/22

(72)発明者 ヘルムート マック
ドイツ連邦共和国 ラインフェルデン ヴ
ィーゼンタールシュトラッセ 81

(72)発明者 ディーター バルフルト
ドイツ連邦共和国 ラインフェルデン レ
ーマーシュトラッセ 18

(72)発明者 ミヒャエル ホルン
ドイツ連邦共和国 ラインフェルデン マ
イゼンライン 11